

Thesis Title	Determination of Chlorine-containing Anions by Ion Chromatography	
Author	Miss Kanokkarn Sa-nguanwong	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn	Chairman
	Dr. Sunanta Wangkarn	Member
	Assoc. Prof. Dr. Surasak Watanesk	Member

ABSTRACT

An ion chromatographic method was developed for the analysis of four chlorine-containing anions, namely chlorite, chloride, chlorate and perchlorate in natural and treated water samples using the gradient and the isocratic elutions. The gradient method was based on the use of an IonPac AS4A-SC column equipped with a conductivity detector under the gradient conditions from 1.0 mM citric acid to 1.0 mM sodium citrate at the flow rate of 2.00 ml/min. The complete separation of all anions was achieved in 18 minutes without the interference of common anions. The linearity obtained over the concentration ranges of chlorite, chloride, chlorate and perchlorate were 0.4-200, 0.2-100, 0.2-200 and 0.4-200 ng/ μ l, yielding correlation coefficients of 0.9890, 0.9998, 0.9999 and 0.9999, respectively. The precision values of all anions were expressed as the relative standard deviation values of retention times and peak areas between 0.30-0.61% and 1.21-3.68%, respectively. The detection limits obtained with a 100 μ l injection were found to be 0.03, 0.01, 0.02 and 0.06 ng/ μ l, respectively. In the analysis of the water samples, ethylenediamine was employed as preservative to

prevent the degradation of chlorite. The recoveries of all anions were between 85.40-112.97% at the range of 1.05-5.46% RSD. The isocratic method was based on a Metrosep A Supp 4 column and a conductivity detector with 2.0 mM sodium carbonate at the flow rate of 1.80 ml/min. The separation of all species was achieved within 24 minutes and there was no interference from common anions. The linearity obtained over the concentration ranges of chlorite, chloride, chlorate and perchlorate were 0.1-100, 0.1-100, 0.1-100 and 0.2-100 ng/ μ l, yielding the correlation coefficients of 0.9990, 0.9998, 0.9989 and 0.9999, respectively. The relative standard deviation values of retention times and peak areas were between 0.25-1.00% and 0.56-2.14%, respectively. The detection limits obtained with a 100 μ l injection were found to be 0.005, 0.002, 0.007 and 0.07 ng/ μ l for chlorite, chloride, chlorate and perchlorate, respectively. The recoveries of all anions were between 84.13-115.47% at the range of 0.74-5.32% RSD.

Both systems were applied to the analysis of chlorine-containing anions in fifteen water samples. Nine water samples from natural sources were found to contain only chloride ion in the range of 2.68-6.39 ng/ μ l. Three samples from public water supplies were found to contain chloride ion in the range of 9.15-18.87 ng/ μ l and one sample from these sources was found to contain chlorate ion at 0.89 ng/ μ l. The three water samples from swimming pool water were found to contain chloride and chlorate ions in the ranges of 259.50-430.80 ng/ μ l and 17.60-45.50 ng/ μ l, respectively. The gradient system was developed using the two eluent types with equal conductivity value and different eluent strength and this system provided the performance comparable to the isocratic system.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาปริมาณแอนไอออนที่มีคลอรีน โดยไอออนโครมาโทกราฟี	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวกนกกาญจน์ สงวนวงศ์	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มงคล ราชะนาคร	ประธานกรรมการ
	อาจารย์ ดร. สุณันทา ว่างานต์	กรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร. สุรศักดิ์ วัฒนเสถ์	กรรมการ

บทคัดย่อ

เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีได้รับการพัฒนาสำหรับการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีคลอรีนสี่ชนิด คือ คลอไรด์ คลอไรต์ คลอเรตและเพอร์คลอเรต ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติและน้ำที่ผ่านการบำบัด โดยใช้การชะแบบเกรเดียนต์และแบบไอโซครีติก ระบบเกรเดียนต์ประกอบด้วยคอลัมน์ ไอออนแพค เอเอส 4 เอ-เอสซี และเครื่องตรวจวัดสภาพการนำไฟฟ้า ที่มีสภาวะเกรเดียนต์จากสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 มิลลิโมลาร์ เป็นสารละลายโซเดียมซัลเฟตเข้มข้น 1.0 มิลลิโมลาร์ ด้วยอัตราการไหล 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที การแยกของแอนไอออนทั้งหมดนี้เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ภายในเวลา 18 นาทีโดยปราศจากการรบกวนของแอนไอออนสามัญ ความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ที่อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.4-200, 0.2-100, 0.2-200 และ 0.4-200 นาโนกรัมต่อไมโครลิตรของคลอไรด์ คลอไรต์ คลอเรตและเพอร์คลอเรต ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์ความสัมพันธ์เท่ากับ 0.9890, 0.9998, 0.9999 และ 0.9999 ตามลำดับ ค่าความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์สำหรับแอนไอออนเหล่านี้แสดงในเทอมของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของเวลาริเทนชันและพื้นที่ใต้พีค ซึ่งอยู่ในช่วงร้อยละ 0.30-0.61 และ 1.21-3.68 ตามลำดับ จากการใช้ปริมาณการฉีดสารเท่ากับ 100 ไมโครลิตร พบว่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ของแอนไอออนเหล่านี้ คือ 0.03, 0.01, 0.02 และ 0.06 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำได้ใช้สารละลายของเอธิลีนไดเอมีนในการป้องกันการสลายตัวของคลอไรต์ ค่าร้อยละการกลับคืนของแอนไอออนทั้งหมดนี้อยู่ในช่วง 85.40-112.97% ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 1.05-5.46% สำหรับระบบไอโซครีติกประกอบด้วยคอลัมน์ เมโทเซฟ เอ ซีฟ 4 และเครื่องตรวจวัดสภาพการนำไฟฟ้า ที่มีใช้การสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 2.0 มิลลิโมลาร์ เป็นสารละลายเฟสเคลื่อนที่ ด้วยอัตราการไหล 1.80 มิลลิลิตรต่อนาที การแยกของแอนไอออนทั้งหมดนี้เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ภายในเวลา 24 นาที โดยไม่มีผลรบกวน

กวนจากแอนไอออนสามัญ ความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.1-100, 0.1-100, 0.1-100 และ 0.2-100 นาโนกรัมต่อไมโครลิตรของคลอไรด์ คลอไรด์ คลอเรตและเพอร์คลอเรต ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์ความสัมพันธ์เท่ากับ 0.9990, 0.9998, 0.9989 และ 0.9999 ตามลำดับ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของเวลารีเทนชันและพื้นที่ใต้พีค อยู่ในช่วงร้อยละ 0.25-1.00 และ 0.56-2.14 ตามลำดับ จากการใช้ปริมาตรการฉีดสารเท่ากับ 100 ไมโครลิตร พบว่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ของแอนไอออนเหล่านี้ คือ 0.005, 0.002, 0.007 และ 0.07 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร ค่าร้อยละการกลับคืนของแอนไอออนทั้งหมดนี้อยู่ในช่วง 84.13-115.47% ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 0.74-5.32%

ระบบทั้งสองนี้ได้รับการประยุกต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีคลอรีนในตัวอย่างน้ำ 15 ตัวอย่าง น้ำตัวอย่าง 9 ตัวอย่างจากแหล่งธรรมชาติ พบว่ามีเพียงคลอไรด์ไอออนอยู่ในช่วง 2.68-6.39 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร น้ำตัวอย่าง 3 ตัวอย่างจากน้ำที่ใช้สำหรับการอุปโภค พบว่ามีคลอไรด์ไอออนอยู่ในช่วง 9.15-18.87 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร และ 1 ตัวอย่างจากแหล่งเหล่านี้มีคลอเรตไอออน 0.89 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร น้ำตัวอย่าง 3 ตัวอย่างจากน้ำที่ใช้ในสระว่ายน้ำ พบว่ามีคลอไรด์ไอออนและคลอเรตไอออนอยู่ในช่วง 259.50-430.80 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร และ 17.60-45.50 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร ตามลำดับ ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาระบบเกรเดียนต์ ซึ่งใช้เฟสเคลื่อนที่สองชนิดที่มีความแตกต่างของความแรงในการชะและมีค่าการนำไฟฟ้าที่เท่ากัน ซึ่งสามารถให้สมรรถนะเทียบเท่ากับระบบการชะแบบไอโซเครติก